

DOCKET NO.: 278224US3X PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Hiromi MATSUMURA, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP04/03864

INTERNATIONAL FILING DATE: March 22, 2004

FOR: SPUTTERING TARGET AND METHOD FOR PREPARATION THEREOF

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

COUNTRY
Japan

APPLICATION NO
2003-100782

DAY/MONTH/YEAR
03 April 2003

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP04/03864. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



C. Irvin McClelland
Attorney of Record
Registration No. 21,124
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

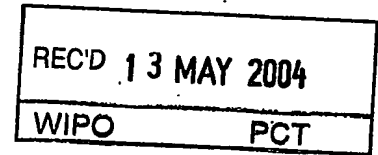
22. 3. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 4月 3日

出願番号
Application Number: 特願2003-100782
[ST. 10/C]: [JP 2003-100782]



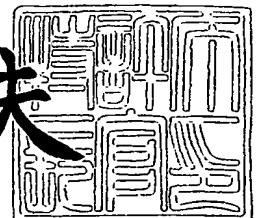
出願人
Applicant(s): 株式会社コベルコ科研


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 4月23日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫





【書類名】 特許願
【整理番号】 31602
【提出日】 平成15年 4月 3日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C22F 1/00
【発明の名称】 スパッタリングターゲットおよびその製造方法
【請求項の数】 11
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸
 製鋼所 高砂製作所内
 【氏名】 松村 仁実
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸
 製鋼所 高砂製作所内
 【氏名】 米田 陽一郎
【特許出願人】
 【識別番号】 000130259
 【住所又は居所】 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通 1 丁目 5 番 1 号
 【氏名又は名称】 株式会社コベルコ科研
【代理人】
 【識別番号】 100067828
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 小谷 悦司
【選任した代理人】
 【識別番号】 100075409
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 植木 久一



【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012472

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9804023

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 スパッタリングターゲットおよびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の 60～130%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項 2】 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の 60～130%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項 3】 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の 20～500%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項 4】 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部にデンドライド組織が生じていないことを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項 5】 アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される 1 種からなる請求項 1～4 のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

【請求項 6】 平面部のサイズが 1 m^2 以上である請求項 1～5 のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

【請求項 7】 摩擦攪拌接合法により同質の金属材を接合することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 8】 回転ツールの移動距離を 1 回転あたり 0.3～0.45 mm にして接合を行う請求項 7 に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 9】 前記接合後に焼鈍を行う請求項 7 または 8 に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 10】 スプレIFOォーミング法で製造した金属材を用いる請求項 7～9 のいずれかに記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 11】 請求項 7～10 のいずれかに記載の方法で得られるスパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、スパッタリングターゲットおよびその製法に関するものであり、大型の液晶ディスプレイの製造等に使用できる特に大型のスパッタリングターゲットとその製法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

近年、液晶ディスプレイの大型化と低コスト化のため、液晶パネルメーカーでは、液晶ディスプレイに 1 m 角を超えるガラス基板を採用しており、将来的にはディスプレイの大型化が進んで、2 m 角程度のガラス基板を使用することも検討されている。

【0003】

ところで、液晶ディスプレイの配線膜はスパッタリング法で形成され、該スパッタリングには、一般にガラス基板より一回り大きなスパッタリングターゲット（以下、単に「ターゲット」ということがある）が用いられる。例えば、約 1100×1250 mm 角のガラス基板上に配線膜を形成する場合、サイズが約 1431×1650 mm もの非常に大きなターゲットが使用される。

【0004】

従来よりスパッタリングでは、放電異常等を生じることなく良好にスパッタリングを行うことができ、かつ成分組成や膜厚等の均一な皮膜を形成できることが要求されており、この様な要求を満足させるべく、使用するスパッタリングターゲットには、成分組成や金属組織等が均一であることが求められる。

【0005】

スパッタリングターゲットの製造では、一般に金属材の製造方法として、溶解

・ 鑄造法、粉末成形法、スプレイフォーミング法等が採用され、得られた金属材を加工して所定の形状にする方法として、HIP (hot isostatic pressing: 熱間静水圧加圧法)、鍛造、圧延、機械加工等の方法が組み合わせて用いられる。

【0006】

しかし、大型のスパッタリングターゲットで成分組成等の均一なものを得ようとする場合、上記製造において装置の制約を受けたり、大型装置を用いて製造する場合に組織等が微細かつ均一にならないといった問題がある。

【0007】

例えば、金属組織中に金属間化合物が存在するスパッタリングターゲットの場合、該金属間化合物が微細かつ均一に分散していることが好ましいが、このような金属間化合物の微細・均一化は、金属材を溶解・鑄造法で製造する場合、溶融した金属材を一般に急冷することが必要となる。しかし、大型のターゲットを製造する場合には、溶解量が多すぎて急冷効果が十分に得られ難く金属間化合物の微細・均一化が困難となる。また、インゴットの大きさや形状等の製造装置の制限を受ける。

【0008】

金属材を粉末法やスプレイフォーミング法で製造する場合には、その後にHIP処理を行って該金属材の緻密化を図る必要があるが、大型の金属材ではHIPの装置の制約を受け、成形できる金属材の大きさに限界があるといった問題もある。

【0009】

従来においても、大型ターゲット（板厚：約6～20mm）を製造する試みがなされており、溶接棒を用いて2枚の金属板を溶接する方法が検討されてきた。また、溶接棒を用いずに行う溶接法として、電子ビーム溶接法やレーザー溶接法などが検討されてきた。

【0010】

しかしこれらの方法では、溶接ガスの巻き込みや、金属板表面に形成された酸化物の巻き込みによる欠陥が発生したり、接合部分が溶融・凝固して結晶粒組織が非溶融部分より粗大化するため、スパッタリングに用いたときにアーキングが

生ずるといった問題がある。また上記方法では、結晶粒の粗大化と同時に結晶配向の大きな変化も生じるが、この様な結晶配向の不均一なターゲットをスパッタリングに用いると、スパッタリング速度が変化して膜厚が安定しないという問題もある。

【0011】

ところで金属材を接合する方法として、上記溶接法の他に摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding) 法がある。例えば非特許文献1には、この方法が、回転ツールと接合材との回転摩擦熱と塑性流動によってアルミニウム合金をその融点以下で接合する方法であることが示されている。また該文献には、接合材表面の酸化膜が接合部内に巻き込まれやすいことに鑑みて、酸化物が接合部の機械的特性に及ぼす影響を知るべく、接合部の引張試験や曲げ疲労試験等を行って機械的特性を調べた結果が示されている。

【0012】

非特許文献2には、摩擦攪拌接合法が、船舶・海洋構造物、鉄道車両、宇宙航空分野等で適用されており、従来の上記溶接法では成し得なかった接合部における機械的強度を確保できた旨示されている。

【0013】

これらの文献では、接合材を、上記船舶・海洋構造物、鉄道車両、宇宙航空分野等で構造部材として用いるべく、接合部の機械的特性の向上について検討されているが、放電異常等を生じることなく良好にスパッタリングを行うことができ、かつ成分組成や膜厚等の均一な皮膜を形成できることの要求されるスパッタリングターゲットを対象としたものでない。従って、上記摩擦攪拌接合法をスパッタリングターゲットの製造に適用するには更なる検討を要すると考えられる。

【0014】

【非特許文献1】

「アルミニウム合金摩擦攪拌接合部の酸化物の挙動及びその機械的特性に及ぼす影響」 溶接学会論文集 平成13年8月 第19巻 第3号 p.44
6-456

【非特許文献2】

「応用拡大する FSW」溶接技術、2002年6月 p.67-78

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、この様な事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、大型のスパッタリングターゲットに適用する場合であっても、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態が、接合部と非接合部ではほぼ同等であるスパッタリングターゲットを提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】

本発明に係るスパッタリングターゲットとは、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、下記①～④の特徴を有するものである。

【0017】

①接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60～130%であること、

②接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60～130%であること、

③接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の20～500%であること、

④接合部にデンドライド組織が生じていないこと。

【0018】

本発明のスパッタリングターゲットの材質として、アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される1種が挙げられる。また本発明のスパッタリングターゲットは、平面部のサイズが1m²以上の大型ターゲットに適用すると、本発明の効果を存分に発揮できる。

【0019】

本発明は、スパッタリングターゲットの製造方法も規定するものであって、該

方法は、摩擦撹拌接合法により同質の金属材を接合するところに特徴を有する。接合は、回転ツールの移動距離を1回転あたり0.3～0.45mmにして行うのがよく、また接合後に焼鈍を行うことを好ましい実施形態とする。更に本発明では、スプレイフォーミング法で製造した金属材を用いると、成分組成等の均一なスパッタリングターゲットが得られ易いので好ましい。本発明は、この様にして得られるスパッタリングターゲットも含む。

【0020】

【発明の実施の形態】

本発明者らは、前述した様な状況の下で、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、特に大型のスパッタリングターゲットに適用した場合であっても、スパッタリング時に良好なスパッタリング性（放電異常等が生じないこと）を発揮し、かつ形成される皮膜の膜厚等が均一となるよう、該ターゲットの接合部と非接合部における金属結晶や金属間化合物の粒径や分散状態について調べた。その結果、下記①～④の要件を満たすようにすればよいことを見出し、本発明に想到した。

【0021】

①金属組織中に金属間化合物の存在するターゲットの場合、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60～130%であることを要件とする。

【0022】

接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径に対し130%を超える場合には、接合部に大きなサイズの金属間化合物が存在し、スパッタリング時に膜厚のバラツキが大きくなる等の問題が生じて好ましくないからである。前記接合部の金属間化合物の平均粒径は、好ましくは非接合部の金属間化合物の平均粒径の120%以下であるのがよい。より好ましくは110%以下である。

【0023】

また、接合部の金属間化合物のサイズが非接合部の金属間化合物より小さすぎても、上記の様な問題が生じることから、前記接合部の金属間化合物の平均粒径

は、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60%以上とする。好ましくは70%以上、より好ましくは80%以上であり、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径と同一である(100%)ことを最も好ましい形態とする。

【0024】

②金属組織中に金属間化合物の存在するターゲットの場合、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60～130%であることを要件とする。

【0025】

接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離に対して130%を超えると、金属間化合物が疎らに存在した状態となる。このような組織を有するターゲットを用いると、得られる皮膜の膜厚のバラツキが大きくなり、また成分組成も均一でなくなるといった問題が生じ易いからである。接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離に対して120%以下であることが好ましい。より好ましくは110%以下である。

【0026】

また、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離と比べて小さすぎても、上記の様な問題が生じることから、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60%以上となるようにする。好ましくは70%以上であり、より好ましくは75%以上である。接合部の上記金属間化合物間の平均距離が、非接合部の上記金属間化合物間の平均距離と同一である(100%)場合を最も好ましい形態とする。

【0027】

③金属組織中に金属間化合物の存在しないターゲットの場合、接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の20～50

0%であることを要件とする。

【0028】

接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して500%を超えると、非接合部よりも接合部の金属結晶が非常に粗大化した状態となり、この様なターゲットをスパッタリングに使用すると、スパッタリング速度が変化して膜厚が安定しない等の問題が生じるからである。接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して250%以下であることが好ましい。より好ましくは200%以下である。

【0029】

また、接合部における金属結晶粒径が、非接合部における金属結晶粒径より小さすぎても上記の様な問題が生じることから、接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して20%以上となるようにする。好ましくは40%以上であり、より好ましくは50%以上である。接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値と同一である(100%)ことを最も好ましい形態とする。

【0030】


④金属組織中の金属間化合物の有無に関係なく、接合部にデンドライド組織が生じていないことを要件とする。

【0031】

金属板の端面を突き合わせて接合する場合、従来の溶接法では、一旦接合部が溶融して凝固する際にデンドライド組織が生じ易いが、このような組織を有するターゲットをスパッタリングに用いると、得られる皮膜の膜厚がバラツキ易く、また成分組成が不均一となるといった問題が生じるので好ましくない。

【0032】

本発明のスパッタリングターゲットは、アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される1種からなるものが挙げられ、アルミニウム合金、銅合金、銀合金として、耐熱性、耐腐食性等の効果を付与すべく、遷移金属元素、Nd等の希土類元素、Bi等の元素を、それぞれアル



ミニウム、銅または銀に添加したものが挙げられる。

【0033】

また平面部のサイズが 1 m^2 以上の大型のターゲットとして用いれば、本発明の効果が存分に発揮される。該ターゲットの形状としては、平面部が正方形、長方形、円状、楕円状等である板状のものが挙げられる。

【0034】

同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部の金属間化合物の粒径・分散状態や金属結晶粒径が、非接合部とほぼ同等であるターゲットを得るには、接合に摩擦攪拌接合法を採用することが大変有効である。該方法では、従来の溶接法と異なり、上述の通り接合時に接合部分が溶融せず、溶融温度よりも低温で塑性流動が生じるだけであるので、接合部の金属結晶の粗大化が抑制され、また金属間化合物が存在する場合には、該金属間化合物の粗大化が抑制されて、非接合部と同等の金属組織を確保できるものと考えられる。

【0035】

摩擦攪拌接合は、具体的に、例えば後述する図1に示すような被接合材2より硬い材質からなる回転ツール1を非接合材の突合せ部分にねじ込み、回転ツール1を回転させながら非接合材2の突合せ部分（接合ライン）を移動させることによって、摩擦熱が生じ、該摩擦熱により回転ツール1周辺部の金属が軟化して塑性流動が生じ接合することができる。

【0036】

上記摩擦攪拌接合の条件として、接合時に使用する回転ツールの移動距離は、1回転あたり $0.3 \sim 0.45\text{ mm}$ とすることが望ましい。該回転ツールの1回転あたりの移動距離が短すぎると、即ち、回転ツールの進行速度が遅く同一領域での攪拌が過剰になると、塑性流動領域の温度が上昇して該領域の外側に組織変性部分が生じるので好ましくない。他方、回転ツールの1回転あたりの移動距離が長い、即ち、回転ツールの進行速度が早いと、回転ツールに負荷がかかり過ぎて加工ムラが生じるため好ましくない。

【0037】

前記回転ツールとして、後述する図2の様な形状のものを使用する場合には、ショルダー6部分が進行方向とは逆方向に倒れるよう被接合材（金属板）2の平面に対し回転ツール1を3～5°の範囲で傾斜させて接合するのが好ましい。また被接合材2間の隙間を0.03mm以下にして接合するのが好ましい。

【0038】

接合時に回転ツールの通過した摩擦攪拌部では、塑性流動により結晶配向が変化するため、スパッタリング後の表面には明瞭な攪拌痕が生じる。従って、平坦で外観の美しいターゲットを得るには、接合後に焼鈍を行って、塑性流動で強加工の加わった領域を再結晶化させ、塑性流動領域の極端な結晶配向の変化を緩和させて攪拌痕を除去するのがよい。該焼鈍は、再結晶化促進および結晶粒粗大化防止の観点から、例えば、ターゲットが純A1からなる場合には200～300℃、A1合金の場合には250～500℃、純銀の場合には400～500℃、銀合金の場合には450～700℃、純銅の場合には400～550℃、銅合金の場合には450～750℃の範囲で行うのが好ましい。また、上記痕跡が十分に除去するには焼鈍時間を2時間以上とするのが好ましいが、長すぎると結晶粒が粗大化するため5時間以下に抑えるのがよい。

【0039】

スパッタリングターゲットの製造に用いる金属材は、スプレIFOーミング法で製造すれば、鑄造法や粉末法で得られる金属材より成分組成等の均一なものとなるので好ましい。上記スプレIFOーミング法の一例として、直径数mmのノズルから溶解した材料を滴下させ、その滴下途中で例えばN₂ガスを吹き付けて材料を粉末化させ、該粉末状の材料が完全に凝固しないうちにプリフォームといわれる中間素材（密度：約50～60%）を成形する方法が挙げられる。

【0040】

本発明は、上記以外のHIP、鍛造、圧延等のその他の製造工程の条件まで規定するものでなく、これらについては一般的な条件を採用することができる。スパッタリングターゲットを製造する方法としては、例えば、上記スプレIFOーミング法で製造した金属材をHIP装置で緻密化した後、鍛造して板状の金属材とし、更に板厚がほぼターゲットと同程度となるよう圧延し、その後に、同様に

製造した金属板2枚を突き合わせて、上記の通り摩擦攪拌接合法で接合する方法が挙げられる。この様な方法であれば、大型のターゲットであっても装置等の制限を受けることなく、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態の均一なターゲットを製造することができる。

【0041】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0042】

<実施例1>

[本発明例①のターゲットの製造]

A1-2at%Nd合金材をスプレイフォーミング法で製造した後、該合金材を、高温高圧でプレスして緻密化し、その後に鍛造および圧延を行って、板厚13.5mm×730mm×1710mmの金属板を得た。同様のサイズの金属板を2枚用意し、図1に示すように、1710mm長さの辺を突き合わせて摩擦攪拌接合を行った。

【0043】

摩擦攪拌接合は次の様にして行った。即ち、接合には回転ツール1として、図2に示す通り、大径部3の直径が10mmで、小径部4の直径が8mmで、回転ツール長さ5が12.5mmで、ショルダー6の直径が20mmのものをを用いた。

接合は、ショルダー6部分が進行方向とは逆方向に倒れるよう被接合材（金属板）2の平面に対し回転ツール1を4°傾斜させて、2枚の被接合材（金属板）2の突合せ部分にねじ込み、この回転ツール1を回転させながら非接合材2の該突合せ部分を図1に示す様に移動させた。

【0044】

回転ツール1の回転数は1000rpmとし、回転ツール1の移動速度は40



0 mm/分にした（よって回転ツール1回転当たりの移動距離は0.4 mmとなる）。また図3に示すように、板厚13.5 mmに対して、塑性流動部7の深さが約13 mmで接合残りが約0.5 mmとなるように回転ツール1の高さを調節した。

【0045】

尚、接合後の板寸法は、厚さ13.5 mm×1460 mm×1710 mmとなるが、前記回転ツール1を挿入した部分（接合開始部分）と引き抜いた部分（接合終了部分）は、過加熱加工領域であり製品として使用できないので、接合後の金属板の有効サイズは、厚さ13.5 mm×1460 mm×約1680 mmとなる。

【0046】

次に接合した金属板を熱処理炉で450℃×2時間焼鈍したものと該焼鈍を行わないものを用意し、それぞれ接合側の表面を深さ1 mm、接合残りのある表面を深さ2.5 mmまでを削って、板厚約10 mmのターゲットを得た。

【0047】

[本発明例①のターゲットの組織観察]

得られたターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を電子顕微鏡で観察し、1視野において、該表面の非接合部で30個、接合部で30個の1 μm以上の金属間化合物の粒径と、1 μm以上の金属間化合物の最近接距離を測定してそれぞれの平均値を求めた。その結果を表1に示す。

【0048】

【表 1】

No.	本発明例①				比較例①	
	非接合部		接合部		溶解部	
	金属間化合物 粒径(μm)	最近接 金属間化合物 までの距離(μm)	金属間化合物 粒径(μm)	最近接 金属間化合物 までの距離(μm)	金属間化合物 粒径(μm)	最近接 金属間化合物 までの距離(μm)
1	1.75	10.25	1.25	1.25	93.9	81.8
2	2	3.75	1.5	1.25	21.2	51.5
3	1.25	4.25	1.25	8.5	61	24.2
4	1.75	6.25	1.5	5.25	12.1	21.2
5	1.25	5.75	1.5	5.25	139.4	30.3
6	2.25	5.75	1.5	1.75	21.2	30.3
7	1.5	5.75	1.25	1.75	21.2	45.5
8	1.5	2.75	1	4	24.2	30.3
9	1	5.75	1	1.75	66.7	30.3
10	1.5	1	1.5	1.75	9.1	18.2
11	1.25	1	1.25	3	15.2	18.2
12	1.25	1.75	1	3	24.2	33.3
13	1.75	1.75	1	1.75	15.2	30.3
14	1.25	4.75	1.5	1.75	30.3	24.2
15	1.5	4	1.75	2.75	24.2	33.3
16	1.5	4	1	1.5	51.5	24.2
17	1.25	1.5	1.75	1.5	27.3	15.2
18	1.5	1.5	1.25	2.75	30.3	15.2
19	1.5	4.75	1.5	4.5	24.2	18.2
20	1.5	4.5	1	1	21.2	30.3
21	1.5	4.5	1	1	15.2	33.3
22	1.5	5	1.25	2.75	18.2	30.3
23	1.5	2.25	1.5	2.75	24.2	27.3
24	1.25	1	1.25	3.25	15.2	27.3
25	1.25	8	1	3.25	45.5	27.3
26	1.5	3.25	1.25	11.25	21.2	26.7
27	2	8.25	1.25	3.25	24.2	18.2
28	1.5	11.5	1.5	7.75	15.2	15.2
29	1.25	1.75	1	3	15.2	24.2
30	1.5	1.75	1	3.5	51.5	33.3
平均	1.5	4.3	1.3	3.3	32.6	29

【0049】

表 1 に示す通り、 $1\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の平均粒径は、非接合部では $1.5\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部では $1.3\mu\text{m}$ であり、接合部の金属間化合物の平均粒径は、非接合部の金属間化合物の平均粒径の 87% であった。

【0050】

また $1\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物間の平均距離は、非接合部では $4.3\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部では $3.3\mu\text{m}$ であり、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部の該平均距離の 77% であった。

【0051】

これらの結果から、接合部における金属間化合物の平均粒径および金属間化合物間の平均距離は、ともに非接合部とほぼ同程度であることがわかる。

【0052】

[本発明例①のターゲットを用いたスパッタリング実験]

前記焼鈍を行ったターゲットと該処理を行わなかったターゲットを用いて、スパッタリングを行い、スパッタリング後のターゲットの表面状態を確認した。スパッタリングは、DCマグネトロンスパッタ装置を用いて行い、Arガス圧を2 mTorrとし、パワー（電力）密度を 6.4 W/cm^2 とし、基板-ターゲット間の距離を62 mmにして実施した。この様な条件でスパッタリングを3時間行った後、使用したターゲットの表面を目視で観察した。その結果、焼鈍を実施したターゲットでは、焼鈍を実施しないターゲットよりも回転ツールの痕跡が緩和されていることを確認した。

【0053】

またスパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、後述する比較例①より異常放電のカウントが少なかった。更に本発明のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のバラツキが平均値 $\pm 3\%$ の範囲内に収まり膜厚のほぼ均一なものが得られた。

【0054】

[比較例①のターゲットの製造]

接合を電子ビーム（EB）溶接で行う以外は、焼鈍も含めて上記実施例1と同様にしてスパッタリングターゲットを製造した。EB溶接は、真空度を 1×10^{-4} Torrとし、直径4 mmの陰極を用い、加速電圧を60 kV、ビーム電流を75 mA、溶接速度を400 mm/分にして行った。

【0055】

[比較例①のターゲットの組織観察]

このように電子ビーム溶接で接合して得たスパッタリングターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を前記本発明例①と同様に電子顕微鏡で観察して、 $1 \mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の粒径と、 $1 \mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の最近接距離の

平均値を求めた。その結果を表 1 に併記する。

【0056】

表 1 より、 $1\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の平均粒径は、非接合部では $1.5\mu\text{m}$ であるのに対し接合部（溶解部）では $32.6\mu\text{m}$ であり、接合部（溶解部）の金属間化合物の平均粒径は、非接合部の金属間化合物の平均粒径の20倍（200%）を超えており、粗大化が著しく進んでいることがわかる。

【0057】

また $1\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物間の平均距離は、非接合部で $4.3\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部（溶解部）では $29\mu\text{m}$ であり、接合部（溶解部）において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部の該平均距離の674%と著しく疎らになっていることがわかる。また、接合部（溶解部）の組織の一部がデンドライド組織となっていることを確認した。

【0058】

[比較例①のターゲットを用いたスパッタリング実験]

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、上記本発明例①と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが上記本発明例①よりも多くなった。その理由として、比較例①のターゲットは、金属間化合物が粗大化しているためターゲットの表面状態の凹凸が大きくなっていることが考えられる。

【0059】

また比較例①のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のバラツキが平均値 $\pm 5\%$ と本発明例①より膜厚のばらつく結果となった。

【0060】

<実施例 2>

[本発明例②のターゲットの製造]

次に金属間化合物の析出しない材料を用いてターゲットを製造した。実験では、溶解・鑄造法で $\text{Ag}-1\text{at}\%\text{Bi}-0.9\text{at}\%\text{Cu}$ 合金材を製造し、鍛造、圧延を行って板厚 $11\text{mm}\times 650\text{mm}\times 1180\text{mm}$ の接合用の金属板を得た。前記図 1 と同様に金属板 2 枚を 1180mm 長さの辺で突き合わせて、前記

実施例 1 と同様の条件で摩擦攪拌接合を行った。

【0061】

尚、接合後の板寸法は、板厚 13.5 mm×1180 mm×1300 mm となるが、前記回転ツール 1 を挿入した部分（接合開始部分）と引き抜いた部分（接合終了部分）は、製品として使用できないので、接合後の金属板の有効サイズは、厚さ 13.5 mm×1180 mm×約 1270 mm となる。

【0062】

そして、接合した金属板を熱処理炉で 450℃×2 時間焼鈍したものと該焼鈍を行わないものを用意し、接合側の金属板表面から深さ 1 mm までと、接合残りのある金属表面から深さ 2.5 mm までを削って、板厚約 10 mm のターゲットを得た。

【0063】

〔本発明例②のターゲットの組織観察〕

得られたターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を電子顕微鏡で観察し、該表面の非接合部で 30 個、接合部で 30 個の各金属結晶の長軸長さと短軸長さを測定してその平均を結晶粒径とした。その結果を表 2 に示す。

【0064】

【表 2】

No.	本発明例②		比較例②
	非接合部 結晶粒径 (μm)	接合部 結晶粒径 (μm)	溶解部 結晶粒径 (μm)
1	31.6	135	925
2	50	140	1295
3	48.7	65.6	1203
4	63.1	124	879
5	36.8	141	463
6	55.2	57	1249
7	43.4	113	786
8	68.4	110	1008
9	52.6	91.2	749
10	42.1	102	867
11	73.6	104	348
12	50	71.3	888
13	51.3	89.8	1036
14	65.8	162	1129
15	52.6	102	944
16	73.6	107	1055
17	44.7	150	759
18	57.9	74.8	490
19	50	77	592
20	23.7	110	833
21	34.2	75.5	1064
22	21	147	842
23	36.8	152	666
24	44.7	81.2	676
25	55.2	117	574
26	27.6	101	786
27	35.5	145	944
28	26.3	72.8	916
29	44.7	69.8	1101
30	27.6	123	638
平均	46.3	107	856.8

【0065】

表2に示す通り、金属結晶粒径の平均値は、非接合部では46.3 μm であるのに対し、接合部では107 μm であった。よって接合部の金属結晶粒径の平均値は、非接合部の該平均値の231%であり、後述する比較例②と比べると粗大化が抑制されていることがわかる。

【0066】

[本発明例②のターゲットを用いたスパッタリング実験]

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ

、下記比較例②と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが比較例②より少なかった。更に本発明のターゲットを用いてスパッタリングを行うと、形成された皮膜は、膜厚のバラツキが平均値±5%となり、後述する比較例②の場合より膜厚の均一なものが得られた。

【0067】

[比較例②のターゲットの製造]

接合を電子ビーム（EB）溶接で行う以外は、上記本発明例②と同様にしてスパッタリングターゲットを製造し、またEB溶接は、上記比較例①と同様の条件で行った。

【0068】

[比較例②のターゲットの組織観察]

得られたターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を上記本発明例②と同様に電子顕微鏡で観察して、各金属結晶の長軸長さと短軸長さを測定してその平均を結晶粒径とした。その結果を表2に併記する。

【0069】

表2より、金属結晶粒径の平均値は、非接合部では $46.3\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部（溶解部）では $857\mu\text{m}$ であり、接合部（溶解部）の金属結晶粒径の平均値は、非接合部の該平均値の20倍近くあり（1851%）、粗大化が著しく進んでいることがわかる。

【0070】

[比較例②のターゲットを用いたスパッタリング実験]

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、上記本発明例②と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが本発明例②より多くなった。その理由として、比較例②のターゲットは、結晶粒が粗大化しているため、ターゲットの表面状態の凹凸が大きくなり、これが原因で異常放電が増加したものと考えられる。

【0071】

また比較例②のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のバラツキが平均値±10%となり、上記本発明例②と比較してバラツキが大きくなった。

【0072】**【発明の効果】**

本発明は上記のように構成されており、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、大型のスパッタリングターゲットに適用する場合であっても、接合部と非接合部で、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態がほぼ同等のスパッタリングターゲットを提供できることとなった。

【0073】

この様な組織の均一な大型のスパッタリングターゲットの実現により、高性能の大型液晶ディスプレイを製造することができる。

【図面の簡単な説明】**【図1】**

実施例で行った摩擦攪拌接合法を示した概略斜視図である。

【図2】

実施例で用いた回転ツールを示した概略断面図である。

【図3】

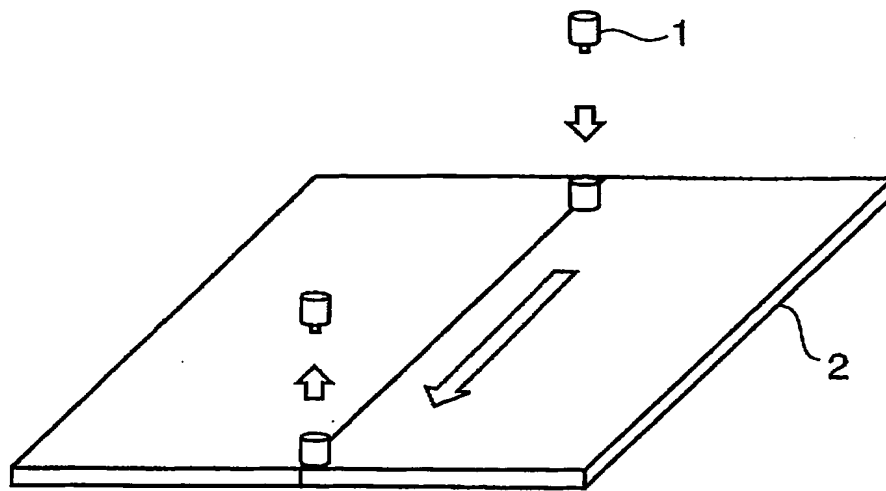
接合後の被接合材（金属板）の状態を模式的に示した断面図である。

【符号の説明】

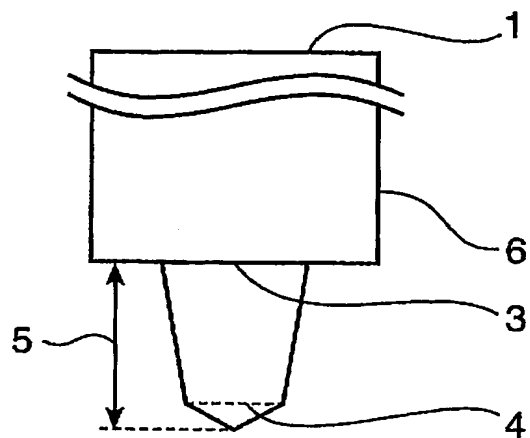
- 1 回転ツール
- 2 被接合材（金属板）
- 3 大径部
- 4 小径部
- 5 ツール長さ
- 6 ショルダー
- 7 塑性流動部

【書類名】 図面

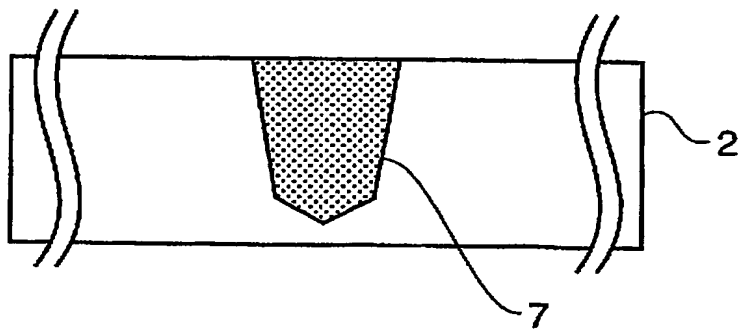
【図 1】



【図 2】



【図 3】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態が、接合部と非接合部ではほぼ同程度である特に大型のスパッタリングターゲットを提供する。

【解決手段】 接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60～130%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

特願 2003-100782

出願人履歴情報

識別番号

[000130259]

1. 変更年月日

1999年 7月30日

[変更理由]

住所変更

住 所

兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通1丁目5番1号

氏 名

株式会社コベルコ科研